

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of: **Yasumasa HATTORI, et al.**

Serial Number: **10/659,749**

Filed: **September 11, 2003**

Customer No.: **38834**

For: **FINE POWDER OF METALLIC COPPER AND PROCESS FOR PRODUCING THE SAME**

**CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**

Commissioner for Patents  
P. O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

February 10, 2004

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign applications is hereby requested for the above-identified application, and the priority provided in 35 U.S.C. 119 is hereby claimed:

**Japanese Appln. No. 2002-265851, filed on September 11, 2002**

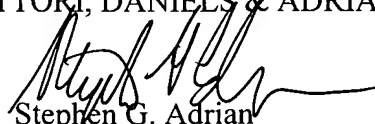
**Japanese Appln. No. 2003-288481, filed on August 7, 2003**

In support of this claim, the requisite certified copy of said original foreign application is filed herewith.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the applicants have complied with the requirements of 35 U.S.C. 119 and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of said certified copy.

In the event that any fees are due in connection with this paper, please charge our Deposit Account No. 50-2866.

Respectfully submitted,  
WESTERMAN, HATTORI, DANIELS & ADRIAN, LLP

  
Stephen G. Adrian  
Reg. No. 32,878

Atty. Docket No.: **031131**  
1250 Connecticut Ave, N.W., Suite 700  
Washington, D.C. 20036  
Tel: (202) 822-1100  
Fax: (202) 822-1111

SGA/my

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年 9月11日  
Date of Application:

出願番号 特願2002-265851  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP2002-265851]

出願人 住友金属鉱山株式会社  
Applicant(s):



2003年10月 8日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井 康



【書類名】 特許願

【整理番号】 02-149

【提出日】 平成14年 9月11日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B22F 9/28

【発明者】

【住所又は居所】 愛媛県新居浜市磯浦町 1 7 - 5 住友金属鉱山株式会社  
新居浜研究所

【氏名】 服部 靖匡

【発明者】

【住所又は居所】 愛媛県新居浜市磯浦町 1 7 - 5 住友金属鉱山株式会社  
新居浜研究所

【氏名】 紀井 伸之

【発明者】

【住所又は居所】 愛媛県新居浜市磯浦町 1 7 - 5 住友金属鉱山株式会社  
新居浜研究所

【氏名】 金坂 淳

【特許出願人】

【識別番号】 000183303

【住所又は居所】 東京都 港区 新橋 5丁目 1 1 番 3号

【氏名又は名称】 住友金属鉱山株式会社

【代表者】 福島 孝一

【電話番号】 03-3436-7781

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 026055

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1  
【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 金属銅微粒子

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

BET径が  $3\ \mu\text{m}$  以下、真球状で、かつ結晶子サイズが  $0.1 \sim 10\ \mu\text{m}$  であることを特徴とする金属銅微粒子。

【請求項 2】

BET径が  $3\ \mu\text{m}$  以下、真球状、結晶子サイズが  $0.1 \sim 10\ \mu\text{m}$ 、かつ酸素含有量が  $0.3$  重量% 以下であることを特徴とする金属銅微粒子。

【請求項 3】

導電ペースト用材料として使用されることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の金属銅微粒子。

【請求項 4】

熔融状態の銅にアンモニアを含むガスを吹き当て本第一乃至第三の発明の金属銅微粉末を製造する方法において、熔融状態の銅の温度を  $1120^\circ\text{C}$  以上とすることを特徴とする金属銅微粒子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は導電ペースト用材料として好適な球状銅金属微粒子に関する。

【0002】

【従来の技術】

回路形成用や積層コンデンサ用の導電ペーストに用いられる導電性金属粉末には不純物が少ないこと、粒子形状及び粒径が揃っており、凝集のない単分散粒子であることなどが望まれる。またペースト中での分散性が良いことや、不均一な焼結を起こさないよう結晶性が良好であることも要求される。具体的には以下のような特性を有する金属粉が、近時特に要求されている。

(1) BET法で測定した粒径が  $3\ \mu\text{m}$  以下であること。

(2) 粒子形状が球状で、分散性が良好であること。

(3) 結晶子サイズが大きいため再酸化しにくいこと。

ところで、金属微粒子の製造方法として良く知られたものに、ガス噴霧法がある。ガス噴霧法は、熔融状態の金属をノズルなどから噴き出しアルゴンなどの不活性ガスで急冷する方法であるが、 $3\mu\text{m}$ 以下の均一な粒径の球状粒子を製造することが困難である。仮に $3\mu\text{m}$ 以下の球状粒子を得ようとするすると得られた球状粒子を分級しなければならず、歩留まりが悪くコスト高となる。また銅粉等の卑金属球状粒子を得ようとする、噴霧時に酸化をうけて酸素品位の高いものしか得られないなどの問題がある。

#### 【0003】

噴霧熱分解法で金属微粒子を製造する方法も知られている。噴霧熱分解法は、1種又は2種以上の金属化合物を含む溶液またはこれらを分散させた懸濁液を噴霧して微細な液滴にし、その液滴を該金属化合物の分解温度より高い温度、望ましくは該金属の融点近傍又はそれ以上の高温で加熱し、金属化合物を熱分解することにより金属又は合金の粉末を析出させる方法である。(特許文献1 特公昭63-31522号公報参照)

この方法によれば、高結晶性または単結晶で、高密度、高分散性の真球状金属粉末や合金粉末が得られる。また湿式還元法と異なり固液分離の必要がないので製造が容易であり、また純度に影響を及ぼすような添加剤や溶媒を使用しないので、不純物を含まない高純度の粉末が得られる利点がある。更に粒径のコントロールが容易であり、また生成粒子の組成は基本的に溶液中の出発金属化合物の組成と一致するので、組成の制御が容易であるという利点もある。

#### 【0004】

しかしこの方法では、原料の金属化合物を含む液滴を熱分解させるため、溶媒等として用いる水や、アルコール、アセトン、エーテル等の有機溶媒も熱分解することが必要となり、熱分解時のエネルギーコストが高くなるという問題がある。

#### 【0005】

即ちこのプロセスにおいては、加熱により溶媒が蒸発し、次いで凝縮した金属化合物粒子の熱分解が行われるため溶媒を蒸発させるのに多大なエネルギーを

要する。また噴霧された液滴が相互に合着したり分裂したりすると、生成する粉末の粒度分布が大きくなる。このため、これを防止するための噴霧速度、キャリアガス中での液滴濃度、反応器中の滞留時間等、反応条件を設定しなければならないが、難しい。また銅等の卑金属粉末をこの方法で得ようとする、熱分解を厳密にコントロールされた還元性または弱還元性雰囲気で行う必要があり、困難である。加えて、溶媒として水を使用する場合は、水分の分解により発生する酸化性ガスのために銅等が酸化され、結晶性の良い粉末は得られない。

#### 【0006】

また、気相化学反応法で金属粒子を製造する方法も良く知られている。例えば、塩化第一銅蒸気と還元性ガスとの反応により銅微粒子を製造する際に、反応温度を700℃以上900℃未満とする方法である。（特許文献2 特開平02-57623号公報参照）

即ち、この方法は700～900℃で塩化第一銅を揮発させ、水素と反応させて結晶子サイズが大きく、酸化しにくい銅微粒子を得るものである。しかし、この方法は700～900℃での塩化第一銅の蒸気圧に生成速度が支配され、銅微粒子の高い生成速度すなわち高製造能力が得られ難いという問題がある。加えて、気相からの析出反応で得られる粉末は凝集しやすく、しかも粒子径の制御が困難である。

#### 【0007】

また、酸化タングステンなどの金属化合物粉末を、還元剤を用いて固相反応により還元する方法がある。具体的には、還元すべき金属化合物粉末、ガス状還元媒体及びキャリアガスを温度調節可能な反応室内に吹き込み反応させるに際して、還元すべき粉末状原料を所定の条件の下平均0.4～60秒間で所定の飛跡で反応帯を通過させ、少なくとも90%の完全度で化学的に還元するものである。（特許文献3 特表平11-503205号公報参照）

この反応は、固体原料と還元ガスとが接触することにより起こるので、前述の気相法と比べて反応面積が小さいため、短時間で完全に金属にまで還元するのが難しい。反応容器としてサイクロンを使用し、飛跡を長くしたり、あるいは固体原料を破裂させて微細化して反応時間を長くしたり、反応面積を大きくしたと

しても完全に金属に還元することは難しい。従って、エレクトロニクス用に好適な、粒径の揃った球状の高結晶性粉末を得ることは困難と考えられる。

#### 【0008】

また、金属水酸化物、金属硝酸塩、有機金属化合物等の熱分解性金属化合物粉末の1種又は2種以上を、キャリアガスを用いて反応容器に供給し、該金属化合物粉末を10 g/l以下の濃度で気相中に分散させた状態で、その分解温度より高く、かつ該金属の融点を $T_m$ ℃としたとき( $T_m - 200$ )℃以上の温度で加熱する方法が記載されている。この方法は、卑金属であっても、原料として有機金属化合物を用いることにより、キャリアガスに依存することなく反応雰囲気還元性として金属粒子を得るとするものである。(特許文献4 特開2002-20809号公報参照)

しかしながら、この方法は得られる金属微粒子の粒度が原料粉末の粒度に比例するため、粒度の揃ったものを用いることが必要である。従って、予め粉碎機や分級機で粉碎、解砕または分級を行うことが必要になる。また、有機金属化合物を用いた場合、有機化合物を完全に燃焼させることが必要となり、この分のエネルギーコストが高くなる。加えて、酸化物や窒化物や炭化物が生成しやすい。

#### 【0009】

##### 【特許文献1】

特公昭63-31522号公報

##### 【特許文献2】

特開平02-57623号公報

##### 【特許文献1】

特表平11-503205号公報

##### 【特許文献1】

特開2002-20809号公報

#### 【0010】

##### 【発明が解決しようとする課題】

以上述べたように、従来の卑金属微粒子、とりわけ銅微粒子に関して上記要望を十分に満たすBET法で求めた粒径(以下、「BET径」と示す。)が $3\mu\text{m}$ 以

下で、大きな結晶子サイズを有する分散性の良い真球状の金属銅微粒子ならびにその製造方法は未だ開示されているとは言い難い。本発明はこうした状況に鑑みて成されたものであり、導電ペースト用材料として好適な、BET径が $3\mu\text{m}$ 以下で、大きな結晶子サイズを有する分散性の良い真球状の金属銅微粒子の提供と、その製造方法の提供とを課題とする。

#### 【0011】

##### 【課題を解決するための手段】

上記課題を解決する本第一の発明は、BET径が $3\mu\text{m}$ 以下、真球状で、かつ結晶子サイズが $0.1\sim 10\mu\text{m}$ の金属銅微粒子である（請求項1）。

また、本第二の発明は、BET径が $3\mu\text{m}$ 以下、真球状、結晶子サイズが $0.1\sim 10\mu\text{m}$ 、かつ酸素含有量が $0.3$ 重量%以下であることを特徴とする金属銅微粒子である（請求項2）。

また、本第三の発明は、導電ペースト用材料として使用されることを特徴とする本第一、第二の発明の金属銅微粒子である（請求項3）。

#### 【0012】

また、本題四の発明は、熔融状態の銅にアンモニアを含むガスを吹き当て本第一乃至第三の発明の金属銅微粉末を製造する方法において、熔融状態の銅の温度を $11200^{\circ}\text{C}$ 以上とする金属銅微粒子の製造方法である（請求項4）。

#### 【0013】

##### 【発明の実施の形態】

本第一の発明は請求項1に記載しているように、結晶子サイズが $0.1\sim 10\mu\text{m}$ 、BET径が $3\mu\text{m}$ 以下、かつ真球状である請求項1記載の金属銅微粒子であり、これは近時特に要求されているものに合致する。

#### 【0014】

本第二の発明は請求項2に記載しているように請求項1記載の要件を満たすものの内の酸素含有量が $0.3$ 重量%以下のものである。酸素含有濃度を $0.3$ 重量%以下とするのは、積層コンデンサ等特に酸化物の生成を嫌うもの向けに使用するためである。

#### 【0015】

前記したことより理解できるように本発明の金属銅微粒子は導電ペースト用材料として好適である。

#### 【0016】

また、本題四の発明は、前記本発明の金属銅微粒子の製造方法であり、熔融状態の銅にアンモニアを含むガスを吹き当て金属銅微粒子を製造する方法において、熔融状態の銅の温度を1120℃以上とし、吹き当てるアンモニア量を少なくともとするものである。以下これにつき詳細に説明する。

#### 【0017】

本発明者らは導電ペースト用粉末として好適な、BET径が3  $\mu$ m以下、結晶子サイズ0.1～10  $\mu$ m、酸素品位が0.3重量%以下の球状金属銅微粒子を得るべく種々の製造方法について研究を重ねた。その結果、アンモニアあるいはアンモニアを含む不活性ガスを熔融状態の銅に吹き当てることにより本発明の課題を解決できることを見出し、さらに熔融状態の銅の温度、吹き当てるアンモニア流量などの条件を最適化することにより本発明に至った。

#### 【0018】

本発明によれば、熔融金属の飽和蒸気圧から算出される最大蒸発速度（以下理論最大蒸発速度と記載する。）をはるかに超える生成速度が得られた。これは、熔融銅にアンモニアガスを吹き付けるとアンモニアが熱分解して活性な原子状の水素あるいは窒素が発生し、これが銅と化合し、きわめて高い蒸発速度を実現すると見られる。このような化合物は、非平衡物質であるので蒸発後ただちに分解し銅単体粒子を形成すると考えられる。

#### 【0019】

したがって、本発明の金属銅微粒子を得るためには、活性ガスと銅との反応速度および反応量を規定する要因の制御が重要である。すなわち、熔融銅表面へのアンモニアガスの供給速度、熔融温度、熔融表面積などが重要な制御要因である。これらの要因を、工業的に実用できる範囲内で適切に制御することによって、生成金属銅微粒子の粒径分布を、本発明のBET径3  $\mu$ m以下とすることが可能である。

#### 【0020】

図1は熔体温度（熔融状態の銅の温度）と、熔融状態の銅の表面（初期表面積  $50\text{ cm}^2$ ）に吹き当てるアンモニアガス量を2リッター／分および3リッター／分としたときに得られた金属銅微粒子のBET径との関係を示したものであり、横軸は熔体温度、縦軸はBET径である。図1より明らかなように熔融状態の銅の温度を  $1120^\circ\text{C}$  以上とすれば、BET径が3以下のものを得ることが可能であることが解る。

#### 【0021】

本発明において、アンモニアを含むガスは、生成した金属銅微粒子の酸化を防止しながら回収部へ運搬することが必要であるため、アンモニアガス単独、アンモニアガスと非酸化性ガスあるいは不活性ガスとの混合ガスを用いることが推奨される。

#### 【0022】

なお、混合ガスを用いる場合にはアンモニア濃度、流量、圧力等の具体的な製造条件は、厳密には用いる製造装置のタイプや諸元により左右されるため、用いる装置毎に予め求めておくことが望まれる。また、熔融状態の銅の原料としては高純度銅、電気銅、粗銅等が用いられる。これらの代わりに銅合金を用いても支障はないが、合金成分によっては得られる金属銅微粒子に含まれることになり、導電性ペースト用として支障を来すことも考えられるので、その限りに於いて選定すべきである。

#### 【0023】

##### 【実施例】

次に実施例を用いて本発明をさらに説明する。

##### （実施例1）

縦形に配置した石英管（内径  $70\text{ mm}$ ）に高純度銅金属をいれたアルミナ製坩堝（内径  $50\text{ mm}$ ）をいれ、内部を窒素ガスで置換した後、抵抗加熱式の電気炉で加熱し銅を溶解し、溶体温度を  $1200^\circ\text{C}$  に維持した。ついで、熔融状態の銅表面の上方に設けたノズルから3リットル／分（銅単位面積当たり  $0.15\text{ リットル}/\text{cm}^2 \cdot \text{分}$ ）の流量でアンモニアガスを溶体表面に吹き付けた。生成した微粒子をフィルターで捕集した。

## 【0024】

得た微粒子をX線回折で調べたところ金属銅であることが確認できた。また、この微粒子を走査電子顕微鏡（SEM）で観察した。微粒子は球状でその粒径は、 $0.3 \sim 7 \mu\text{m}$ であった。また、BET法でBET径を求めたところ $3.9 \mu\text{m}$ であった。また、FIBで加工した断面のSIM像から、微粒子はほとんどが単結晶であり、他は大きな単結晶に1～2個の小さな結晶が合わさった粒子であることがわかった。 $1 \mu\text{m}$ 以下の粒子はほぼ単結晶で、 $5 \mu\text{m}$ 程度の粒子にも単結晶があり、結晶子サイズは $0.3 \sim 5 \mu\text{m}$ であることがわかった。つまり、実質上、ほぼ単結晶であると言えるものであることがわかった。

## 【0025】

得られた金属銅微粒子の組成分析を行ったところ、酸素品位0.09重量%、炭素品位0.05重量%と高純度銅であることがわかった。この金属銅微粒子を大気中に放置して酸素および炭素品位の経時変化を見たところ、7日間後でそれぞれ0.14重量%、0.07重量%とわずかに増加したのみで、安定であった。

## 【0026】

なお、坩堝内の銅金属の減少量から算出した生成速度は $1.10 \text{ g} / \text{s} \cdot \text{m}^2$ 、金属銅微粒子の回収量から算出した生成速度は $0.81 \text{ g} / \text{s} \cdot \text{m}^2$ であり、理論最大蒸発速度 $0.36 \text{ g} / \text{s} \cdot \text{m}^2$ を大幅に上回った。

## 【0027】

## （実施例2）

縦型に配置した石英管（内径95mm）に高純度銅金属をいれたアルミナ製坩堝（内径75mm）をいれ、内部を窒素ガスで置換したのち、抵抗加熱式の電気炉で加熱し銅を溶解し、溶体温度を $1230^\circ\text{C}$ に維持した。ついで、熔融状態の銅表面の上方に設けたノズルから9リットル／分（銅単位面積当たり $0.20 \text{ リットル} / \text{cm}^2 \cdot \text{分}$ ）の流量でアンモニアガスを溶体表面に吹き付けた。生成した粉末をフィルターで捕集した。

## 【0028】

得られた金属銅微粒子の粒径は $0.2 \sim 4 \mu\text{m}$ 、BET径は $1.8 \mu\text{m}$ であった

。4  $\mu\text{m}$ 程度の粒子にも単結晶があり、結晶子サイズは0.3～4  $\mu\text{m}$ であった。つまり、実施例1と同様に実質上、ほぼ単結晶であると言えるものであった。

#### 【0029】

また、酸素品位は0.2重量%であった。実施例1と比べて、アンモニア流量の増加によって粒径の小さい球状金属銅微粒子が得られたことがわかる。

#### 【0030】

坩堝内の銅金属の減少量および回収した金属銅微粒子量から算出した生成速度は、それぞれ7.4  $\text{g}/\text{s} \cdot \text{m}^2$ 、6.3  $\text{g}/\text{s} \cdot \text{m}^2$ で理論最大蒸発速度0.36  $\text{g}/\text{s} \cdot \text{m}^2$ を大きく上回った。

#### 【0031】

(実施例3)

熔融状態の銅の温度を1160℃とした以外は実施例2と同様として金属銅微粒子を得た。得られた銅金属微粒子の粒径は0.2～4  $\mu\text{m}$ で、BET径は2.1  $\mu\text{m}$ とやや大きくなった。4  $\mu\text{m}$ 程度の粒子にも単結晶があり、結晶子サイズは0.3～4  $\mu\text{m}$ であった。つまり、実施例1と同様に実質上、ほぼ単結晶であると言える。また、酸素品位は0.2重量%であった。

#### 【0032】

坩堝内の銅金属の減少量および回収した金属銅微粒子量から算出した生成速度は、それぞれ3.6  $\text{g}/\text{s} \cdot \text{m}^2$ 、3.3  $\text{g}/\text{s} \cdot \text{m}^2$ と実施例2の半分程度の生成速度であった。

#### 【0033】

(実施例4)

縦型に配置した石英管（内径95mm）に高純度銅金属をいれたアルミナ製の坩堝（内径80mm）をいれ、内部を窒素ガスで置換したのち、抵抗加熱式の電気炉で加熱し銅を溶解し、溶体温度を1230℃に維持した。ついで、熔融状態の銅表面の上方に設けたノズルから3リットル/分のアンモニアガス（銅単位面積当たり0.06リットル/ $\text{cm}^2 \cdot \text{分}$ ）と3リットル/分の窒素ガスからなる混合ガスを吹き付けた。生成した微粒子をフィルターで捕集した。

#### 【0034】

得られた銅金属微粒子の粒径は  $0.2 \sim 4 \mu\text{m}$  で、BET 径は  $2.3 \mu\text{m}$  であった。 $4 \mu\text{m}$  程度の粒子にも単結晶があり、結晶子サイズは  $0.3 \sim 4 \mu\text{m}$  であった。つまり、実施例 1 と同様に実質上、ほぼ単結晶であると言えるものであった。また、酸素品位は  $0.2$  重量% であった。

#### 【0035】

坩堝内の銅金属の減少量および回収した銅微粒子量から算出した生成速度は、それぞれ  $2.7 \text{ g} / \text{s} \cdot \text{m}^2$ 、 $2.5 \text{ g} / \text{s} \cdot \text{m}^2$  で理論最大蒸発速度  $0.36 \text{ g} / \text{s} \cdot \text{m}^2$  を大きく上回った。

#### 【0036】

(比較例 1)

熔融状態の銅の温度を  $1100^\circ\text{C}$  とした以外は実施例 2 と同様として金属銅微粒子を得た。得られた銅金属微粒子の粒径は  $0.3 \sim 7 \mu\text{m}$  で、BET 径は  $4.1 \mu\text{m}$  となった。また、結晶子サイズは  $0.3 \sim 7 \mu\text{m}$  であった。また、酸素品位は  $0.15$  重量% であった。

#### 【0037】

坩堝内の銅金属の減少量および回収した金属銅微粒子量から算出した生成速度は、それぞれ  $5.4 \text{ g} / \text{s} \cdot \text{m}^2$ 、 $4.6 \text{ g} / \text{s} \cdot \text{m}^2$  となっていた。

#### 【0038】

(比較例 2)

熔融状態の銅体表面に吹き付けるアンモニアガスの流量を  $1.5$  リットル/分 (銅単位面積当たり  $0.03$  リッター/ $\text{cm}^2 \cdot \text{分}$ ) とした以外は実施例 2 と同様として金属銅微粒子を得た。得られた銅金属微粒子の粒径は  $0.3 \sim 7 \mu\text{m}$  で BET 径は  $2.5 \mu\text{m}$  となった。また、結晶子サイズは  $0.3 \sim 7 \mu\text{m}$  であった。また、酸素品位は  $0.20$  重量% であった。

#### 【0039】

坩堝内の銅金属の減少量および回収した金属銅微粒子量から算出した生成速度は、それぞれ  $0.05 \text{ g} / \text{s} \cdot \text{m}^2$ 、 $0.04 \text{ g} / \text{s} \cdot \text{m}^2$  となっていた。すなわち、生成速度は著しく減少することがわかった。

#### 【0040】

## 【発明の効果】

本第一の発明は、結晶子サイズが $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ 、BET径が $3 \mu\text{m}$ 以下、かつ真球状である請求項1記載の金属銅微粒子であり、これは近時特に要求されているものに合致する。本第二の発明は本第一の発明の要件を満たすものの内の酸素含有量が0.3重量%以下のものであり、これは積層コンデンサ等特に酸化物の生成を嫌うもの向けに最適である。これらのことから本発明の金属銅微粒子は導電ペースト用材料として好適である。

## 【0041】

また、本題四の発明は、熔融状態の銅にアンモニアを含むガスを吹き当て金属銅微粒子を製造する方法において、熔融状態の銅の温度を $1120^{\circ}\text{C}$ 以上とする。

## 【0042】

また、吹き当てるアンモニア量を少なくとも $0.04 \text{リッター}/\text{cm}^2 \cdot \text{分}$ とする。この結果、前記本発明の金属銅微粒子が安定的に、かつ効率よく得られる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【図1】

熔体温度（熔融状態の銅の温度）と、熔融状態の銅の表面（初期表面積 $50 \text{cm}^2$ ）に吹き当てるアンモニアガス量を $2 \text{リッター}/\text{分}$ および $3 \text{リッター}/\text{分}$ としたときに得られた金属銅微粒子のBET径との関係を示したものである。

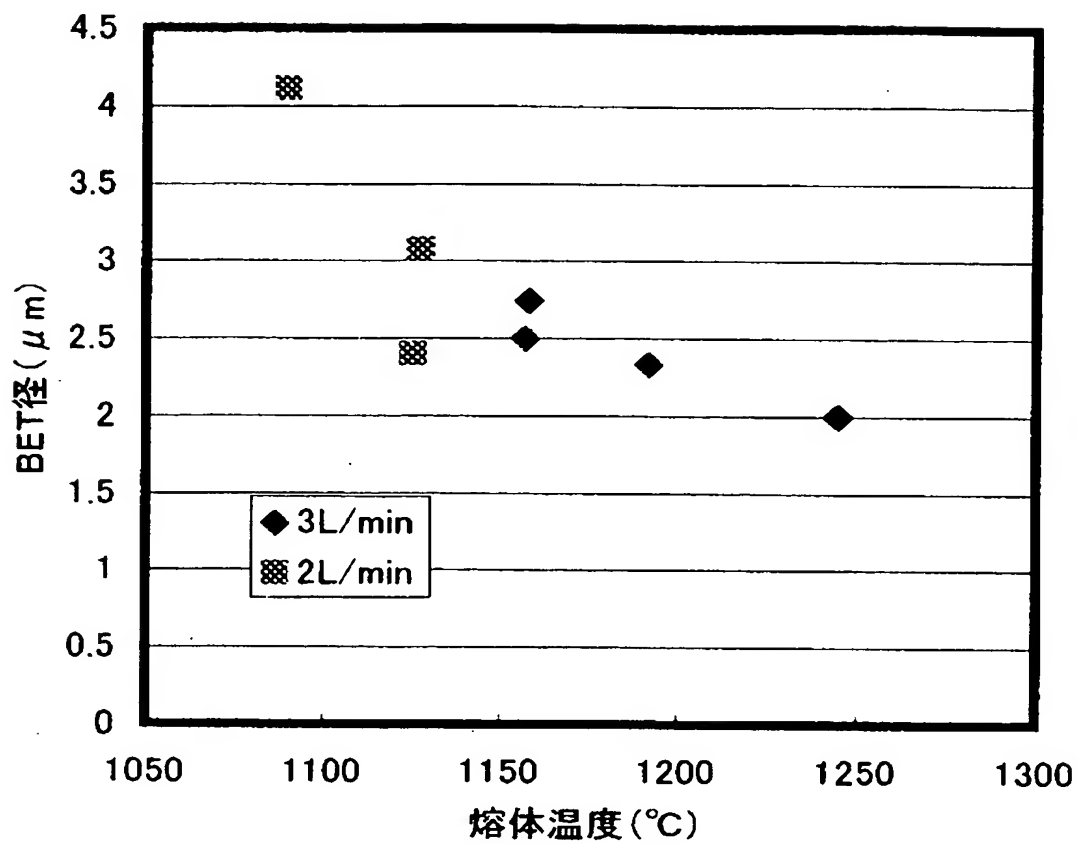
## 【符号の説明】

なし。



【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 導電ペースト用材料として好適な、B E T 径が  $3 \mu\text{m}$  以下で、大きな結晶子サイズを有する分散性の良い真球状の金属銅微粒子の提供と、その製造方法の提供とを課題とする。

【解決手段】 熔融状態の銅の温度を  $11200^{\circ}\text{C}$  以上とし、これにアンモニアを含むガスを吹き当てることによりBET径が  $3 \mu\text{m}$  以下、真球状、結晶子サイズが  $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$  導電ペースト用金属銅微粒子を得る。得られた導電ペースト用金属銅微粉末は酸素含有量が  $0.3$  重量% 以下である

【選択図】 なし。

特願 2 0 0 2 - 2 6 5 8 5 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 1 8 3 3 0 3 ]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 6 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都港区新橋 5 丁目 1 1 番 3 号

氏 名

住友金属鉱山株式会社